

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-41374

(43)公開日 平成5年(1993)2月19日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/316	X	8518-4M		
C 2 3 C 16/44		7325-4K		
C 3 0 B 31/16		7821-4G		
H 0 1 L 21/90	P	7353-4M		
// H 0 1 L 21/205		7454-4M		

審査請求 未請求 請求項の数5(全 9 頁)

(21)出願番号 特願平3-196926

(22)出願日 平成3年(1991)8月7日

(71)出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

(72)発明者 千々岩 雅弘

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72)発明者 小泉 元

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(74)代理人 弁理士 井桁 貞一

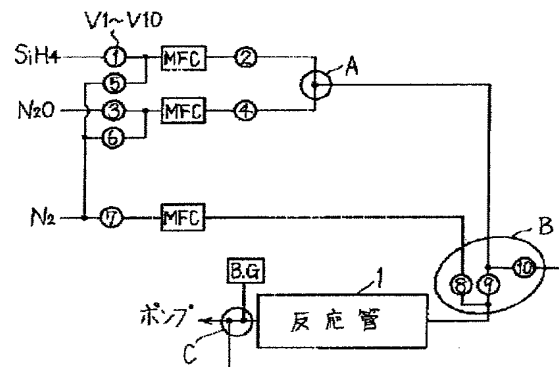
(54)【発明の名称】 化学気相成長方法および装置

(57)【要約】

【目的】  $\text{SiO}_2$  のCVD 方法に関し、HAZEの発生を防止してエッチング残渣が生じないような $\text{SiO}_2$  膜を得ることを目的とする。

【構成】  $\text{SiH}_4$  と $\text{N}_2\text{O}$  を用いて、反応管内に載置され且つ加熱された基板上に $\text{SiO}_2$  膜をCVD するに際し、 $\text{SiH}_4$  と $\text{N}_2\text{O}$  を該反応管から離れた位置で混合した後、該反応管に導入する。また、配管内を反応ガスによりパージする際、 $\text{SiH}_4$  と $\text{N}_2\text{O}$  とが混合されたガスを用いて行う。また、反応ガス圧力を 1.4 Torr 以上の減圧状態に設定する。また、混合ガスをV9を経由して反応管1に接続する反応ガス供給ラインと、窒素をV8を経由してV9と反応管との中間位置に接続する窒素パージラインと、反応ガス供給ラインの反応ガス供給側とV9との中間位置よりV10を経由して反応管の排気口に接続する反応ガスパージ用のベントラインとを有し、V8とV9とV10とが相互に近接して配置されるように構成する。

実施例のガス配管系統図



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 反応ガスとしてモノシラン( $\text{SiH}_4$ )と一酸化化二窒素( $\text{N}_2\text{O}$ )を用いて、反応管内に載置され且つ加熱された基板上に二酸化シリコン( $\text{SiO}_2$ )膜を減圧化学気相成長(CVD)するに際し、

$\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ を該反応管から離れた位置で混合した後、該反応管に導入することを特徴とする化学気相成長方法。

【請求項2】 配管内を反応ガスによりパージする際、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ とが混合されたガスを用いて行うことを特徴とする請求項1記載の化学気相成長方法。

【請求項3】 反応ガス圧力を1.4 Torr以上の減圧状態に設定することを特徴とする請求項1または2記載の化学気相成長方法。

【請求項4】 複数の反応ガスを混合した後バルブV9を経由して反応管(1)に接続する反応ガス供給ラインと、窒素をバルブV8を経由して該バルブV9と該反応管との中間位置に接続する窒素パージラインと、該反応ガス供給ラインの反応ガス供給側と該バルブV9との中間位置よりバルブV10を経由して該反応管の排気口に接続する反応ガスパージ用のベントラインとを有し、該バルブV8と該バルブV9と該バルブV10とが相互に近接して配置したことを特徴とする化学気相成長装置。

【請求項5】 反応ガス供給ラインおよび反応管内を常圧窒素パージする第1段階と、反応ガス供給ラインを常圧窒素パージしながら、反応管内を真空引きする第2段階と、反応ガス供給ラインを真空引きするとともに、反応管内を減圧窒素パージする第3段階と、反応ガスを混合して反応ガス供給ラインの反応ガスパージを行うとともに、反応管内を減圧窒素パージする第4段階と、混合された反応ガスを反応管に流してウエハ上に二酸化シリコン膜を成長する第5段階と、反応管内の減圧窒素パージと、反応ガス供給ラインの反応ガス抜きを行う第6段階と、反応ガス供給ラインを常圧窒素パージするとともに、反応管内を減圧窒素パージする第7段階と、真空引きを止め、反応ガス供給ラインを窒素パージするとともに、反応管内を窒素で常圧復帰させる第8段階と、反応ガス供給ラインを窒素パージするとともに、常圧に復帰した反応管内を窒素パージする第9段階とを有することを特徴とする化学気相成長方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は二酸化シリコン( $\text{SiO}_2$ )膜の化学気相成長(CVD)方法および装置に関する。

【0002】半導体装置の層間絶縁膜として、特にポリシリコン配線とポリシリコン配線間、ポリシリコン配線とポリサイド、シリサイドまたは金属配線間の絶縁膜に

は、モノシラン( $\text{SiH}_4$ )ガスと一酸化化二窒素( $\text{N}_2\text{O}$ )ガスを用いた熱CVD法により成膜された $\text{SiO}_2$ 膜が用いられてきた。

【0003】本発明はこの成膜に対する改善された方法および装置として利用できる。

## 【0004】

【従来の技術】図7は減圧CVD装置の模式断面図である。図において、1は反応管で石英管、2は反応ガス導入口、3は排気口、4はヒータ、5は石英ボート、6はウエハである。

【0005】図8は従来のガス配管系統図である。図において、Vはバルブ(No.1~No.10)、MFCはマスフローコントローラ(質量流量制御器)、BGはバロトロンゲージ(圧力計)である。

【0006】使用するガスは、反応ガスの $\text{SiH}_4$ および $\text{N}_2\text{O}$ とパージガスの窒素( $\text{N}_2$ )である。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】従来の成長装置、成長条件で $\text{SiO}_2$ を成長すると、 $\text{SiO}_2$ 膜にHAZEと呼ばれる異常組織が発生することがあった。

【0008】 $\text{SiO}_2$ 膜にHAZEが発生した場合、例えば、ゲート電極に $\text{SiO}_2$ からなる側壁を形成する際の異方性エッチング時、あるいは $\text{SiO}_2$ 膜にコンタクトホールを形成する際にエッチング残渣を残し、このために半導体装置の製造歩留がかなり低下していた。

【0009】本発明はHAZEの発生を防止してエッチング残渣が生じないようなCVD  $\text{SiO}_2$ 膜を得ることを目的とする。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】上記課題の解決は、1) 反応ガスとしてモノシラン( $\text{SiH}_4$ )と一酸化化二窒素( $\text{N}_2\text{O}$ )を用いて、反応管内に載置され且つ加熱された基板上に二酸化シリコン( $\text{SiO}_2$ )膜を減圧化学気相成長(CVD)するに際し、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ を該反応管から離れた位置で混合した後、該反応管に導入する化学気相成長方法、あるいは2) 配管内を反応ガスによりパージする際、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ とが混合されたガスを用いて行う前記1)記載の化学気相成長方法、あるいは3) 反応ガス圧力を1.4 Torr以上の減圧状態に設定する前記1)または2)記載の化学気相成長方法、あるいは、4) 複数の反応ガスを混合した後バルブV9を経由して反応管(1)に接続する反応ガス供給ラインと、窒素をバルブV8を経由して該バルブV9と該反応管との中間位置に接続する窒素パージラインと、該反応ガス供給ラインの反応ガス供給側と該バルブV9との中間位置よりバルブV10を経由して該反応管の排気口に接続する反応ガスパージ用のベントラインとを有し、該バルブV8と該バルブV9と該バルブV10とが相互に近接して配置した化学気相成長装置、あるいは、5) 反応ガス供給ラインおよび反応管内を常圧窒素パージする第1段階と、反応ガス供給ラインを常圧窒

素パージしながら、反応管内を真空引きする第2段階と、反応ガス供給ラインを真空引きするとともに、反応管内を減圧窒素パージする第3段階と、反応ガスを混合して反応ガス供給ラインの反応ガスパージを行うとともに、反応管内を減圧窒素パージする第4段階と、混合された反応ガスを反応管に流してウエハ上に二酸化シリコン膜を成長する第5段階と、反応管内の減圧窒素パージと、反応ガス供給ラインの反応ガス抜きを行う第6段階と、反応ガス供給ラインを常圧窒素パージするとともに、反応管内を減圧窒素パージする第7段階と、真空引きを止め、反応ガス供給ラインを窒素パージするとともに、反応管内を窒素で常圧復帰させる第8段階と、反応ガス供給ラインを窒素パージするとともに、常圧に復帰した反応管内を窒素パージする第9段階とを有する化学気相成長方法によって達成される。

#### 【0011】

【作用】図1は本発明の実施例のガス配管系統図である。図において、Vはバルブ（V1～V10）、MFCはマスフローコントローラ、BGはバトロングージである。

【0012】使用するガスは、反応ガスの $\text{SiH}_4$ および $\text{N}_2\text{O}$ とパージガスの $\text{N}_2$ である。本発明は次のような条件からなるHAZE防止対策を講じた。**①**  $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ を混合した後反応管に導入する。混合位置（A点）は反応管から2～3 m 離す。**②** 反応ガスパージは、すでに $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ が混合されたガスを用いて行い、それぞれのガス毎に単独では行わない。**③** 反応ガスパージの際のベントラインのバルブV10と、反応管の $\text{N}_2$ パージラインのバルブV8と、反応管へ反応ガスを導入する際のバルブV9とをできるだけ近づけて（20cm以内）配置し（B点）、配管内のパージを完全に行えるようにする。**④**  $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ の混合位置A点と上記B点を2～3 m 離す。**⑤** 反応ガス圧力を1.4～1.6 Torrに設定する（C点）。

【0013】上記の条件が必要である理由は以下の通りである。条件**①**、**②**、**③**は、HAZEは $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ のガス比がずれてSiリッチの状態が発生することが分かっており、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ のガス比が一定の状態では反応管に導入するための条件である。

【0014】条件**④**は、配管系統の中で盲腸配管が存在し、その部分に $\text{SiH}_4$ が残留した場合、反応管が常圧に復帰した際に反応管から拡散してきた空気と残留 $\text{SiH}_4$ が反応して微粒子を発生し、これが原因でHAZEが発生するのを抑えるための条件である。

【0015】また、条件**⑤**は、例えばタングステンシリサイド（WSi）等のシリサイド膜を被着したウエハ上に $\text{SiO}_2$ 膜を成長する際に、シリサイドからの脱ガスによりHAZEが発生するのを防止するための条件である。

【0016】この条件については、現在では詳細に説明されていないが、1.4 Torr以上の圧力においてはシリサイドからの脱ガスが低減されるので、 $\text{SiH}_4$ リッチな状態においてもHAZE抑制に対する余裕が大きいと考えられ

る。

#### 【0017】

【実施例】図2～図6は実施例の成長シーケンスの説明図である。700℃以上のウエハ温度で、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ を用いて減圧CVD法により $\text{SiO}_2$ 膜を成長する際のシーケンスを以下に説明する。なお、以下の説明において（開）以外のバルブは（閉）とする。

#### 【0018】図2(A),(B) 参照

ステップ1：バルブV 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインを常圧 $\text{N}_2$ パージするとともに、反応管内も常圧 $\text{N}_2$ パージする。

#### 【0019】ステップ2：バルブV 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインを常圧 $\text{N}_2$ パージしながら、反応管内を真空引きする。

#### 【0020】図3(A),(B) 参照

ステップ3：バルブV 2, 4, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインの $\text{N}_2$ を真空引きするとともに、反応管内を減圧 $\text{N}_2$ パージする。

#### 【0021】ステップ4：バルブV 1, 2, 3, 4, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ を混合してラインの反応ガスパージを行うとともに、反応管内を減圧 $\text{N}_2$ パージする。

#### 【0022】図4(A),(B) 参照

ステップ5：バルブV 1, 2, 3, 4, 9を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ガスを反応管に流してウエハ上に $\text{SiO}_2$ 膜を成長する。

#### 【0023】ステップ6：バルブV 2, 4, 7, 8, 10を開にし、反応管内の減圧 $\text{N}_2$ パージと、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインの反応ガス抜きを行う。

#### 【0024】図5(A),(B) 参照

ステップ7：バルブV 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインを常圧 $\text{N}_2$ パージするとともに、反応管内の減圧 $\text{N}_2$ パージを行う。

#### 【0025】ステップ8：ポンプを止め、バルブV 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインを $\text{N}_2$ パージするとともに、反応管内を $\text{N}_2$ で常圧復帰させる。

#### 【0026】図6参照

ステップ9：バルブV 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10を開にし、 $\text{SiH}_4$ と $\text{N}_2\text{O}$ ラインを $\text{N}_2$ パージするとともに、常圧に復帰した反応管内を $\text{N}_2$ パージする。

#### 【0027】次に、実施例の効果を示す数値例を従来例と対比して示す。

(1) 配管、シーケンス変更前後のHAZEの発生状況は、ウエハ上のカウント数で変更前は9083個であったのが、変更後87個に激減した。

(2) WSi膜を被着したウエハのHAZEの発生状況は以下のようである。

#### 【0028】

圧力(Torr)	5 カウント数(個)
1.0	19341
1.4	26
1.5	43

なお、1.3 Torrの場合のカウント数は17であったが、詳細な顕微鏡検査によりHAZEが確認された。

【0029】以上の結果は、レーザ式表面微粒子検査装置によった。

【0030】

【発明の効果】HAZEの発生を防止してエッチング残渣が生じないようなCVD SiO<sub>2</sub>膜を得ることができた。

【0031】この結果、エッチング残渣によるデバイスの歩留低下を抑えることができた。

【図面の簡単な説明】

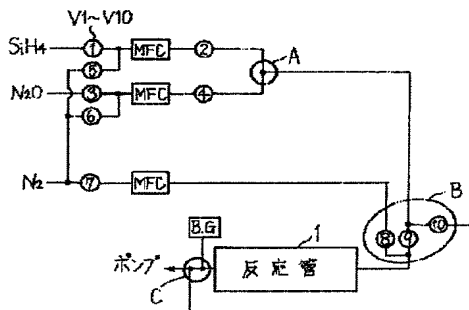
【図1】 実施例のガス配管系統図

【図2】 実施例のシーケンスの説明図(1)

【図3】 実施例のシーケンスの説明図(2)

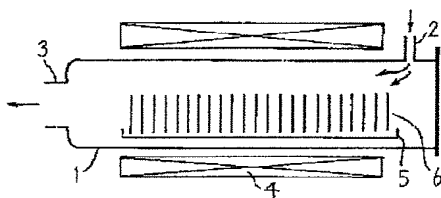
【図1】

実施例のガス配管系統図



【図7】

減圧CVD装置の模式断面図



6

【図4】 実施例のシーケンスの説明図(3)

【図5】 実施例のシーケンスの説明図(4)

【図6】 実施例のシーケンスの説明図(5)

【図7】 減圧CVD 装置の模式断面図

【図8】 従来のガス配管系統図

【符号の説明】

1 反応管で石英管

2 反応ガス導入口

3 排気口

4はヒータ

5 石英ボート

6 ウエハ

V バルブ (V1~V10)

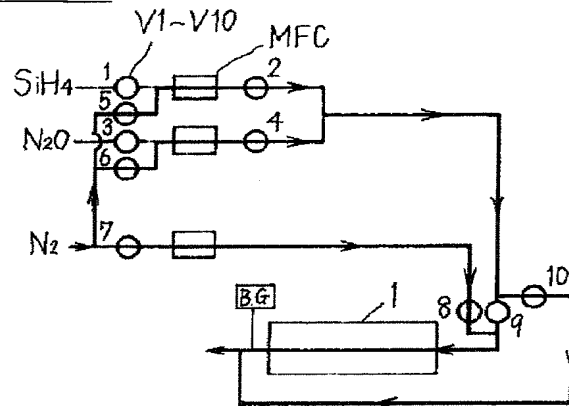
MFC マスフローコントローラ

BG バラトロンゲージ

【図6】

実施例のシーケンス説明図(5)

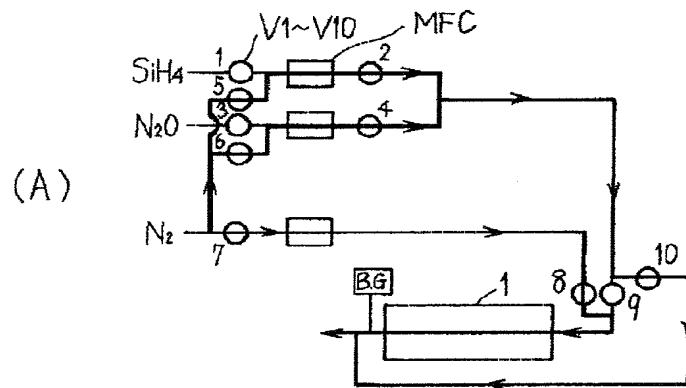
ステップ9



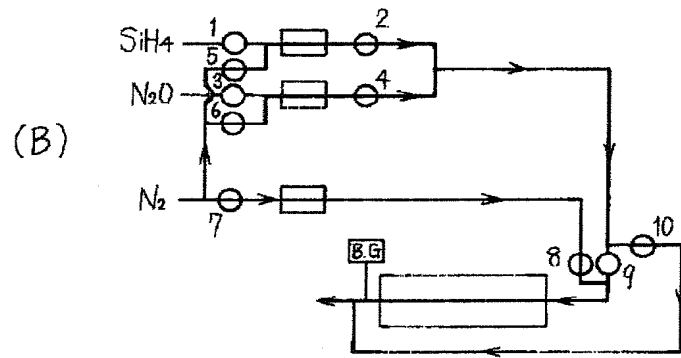
【図2】

## 実施例のシーケンス説明図(1)

ステップ1



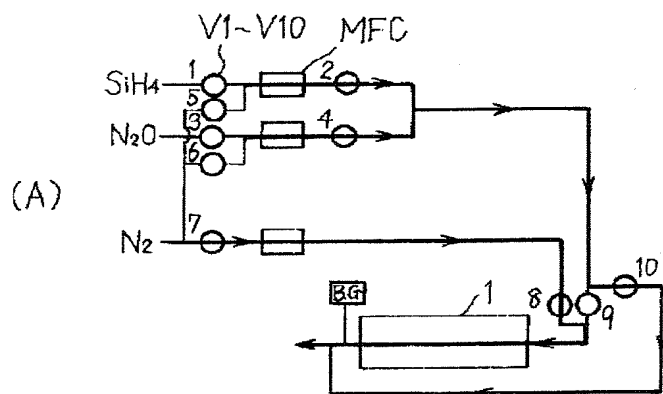
ステップ2



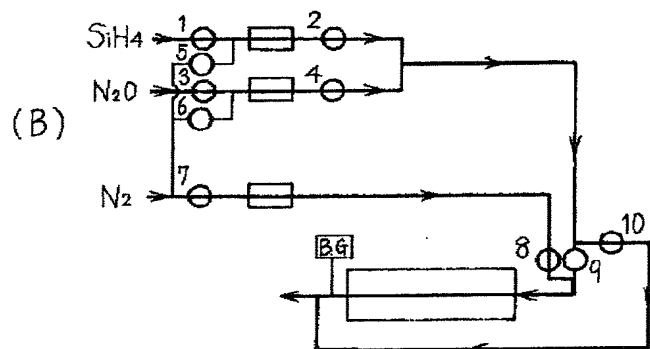
【図3】

実施例のシーケンス説明図(2)

ステップ3

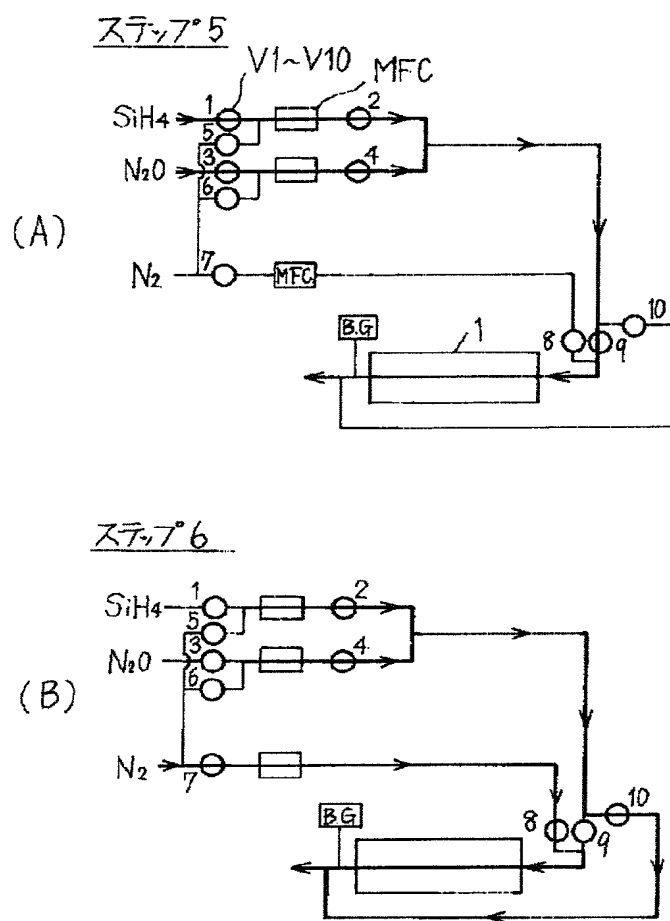


ステップ4



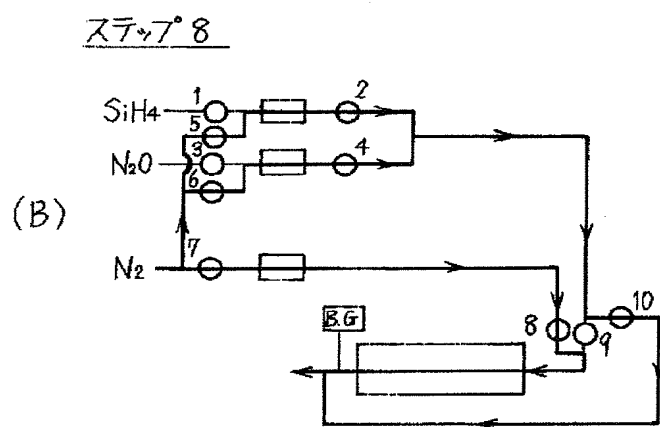
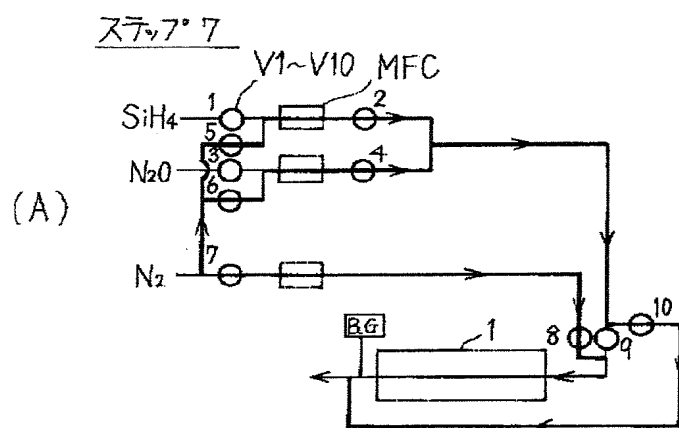
【図4】

## 実施例のシーケンス説明図(3)



【図5】

## 実施例のシーケンス説明図(4)





【図8】

## 従来のガス配管系統図

